



(19) **RU**⁽¹¹⁾ **2 133 119**⁽¹³⁾ **C1**
(51) МПК⁶ **A 61 K 7/40, 31/695, C 07 F**
7/08, C 08 G 77/38

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 95119429/14, 03.11.1995

(30) Приоритет: 08.11.1994 FR 94 13395

(46) Дата публикации: 20.07.1999

(56) Ссылки: 1. SU 260826 A, 13.05.70. 2. EP 0392883 A1, 17.10.90. 3. EP 0282294 A2, 14.09.88. 4. EP 0305059 A2, 01.03.89. 5. EP 0336633 A2, 11.10.89.

(98) Адрес для переписки:
103735, Москва, ул.Ильинка, 5/2, Союзпатент

(71) Заявитель:
Л'Ореаль (FR)

(72) Изобретатель: Эрве Ришар (FR),
Мадлен Ледюк (FR), Алан Лягранж (FR)

(73) Патентообладатель:
Л'Ореаль (FR)

(54) ОРГАНОСИЛ(ОКС)АНЫ, СОДЕРЖАЩИЕ ИХ КОСМЕТИЧЕСКИЕ КОМПОЗИЦИИ, И СПОСОБ ЗАЩИТЫ КОЖИ И/ИЛИ ВОЛОС ОТ УЛЬТРАФИОЛЕТОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к новым соединениям типа диорганосилоксанов с короткими, линейными или циклическими цепями или типа триорганосилоксанов, обладающим общей характеристикой, заключающейся в том, что они содержат по крайней мере одно бензотриазольное звено с акрилатной или акриламидной функцией. Соединения преимущественно используют в качестве органических солнечных фильтров в

косметических композициях, предназначенных для защиты кожи и волос от ультрафиолетового излучения (УФ-А и УФ-Б). Композиции наносят на кожу или волосы в эффективном количестве для защиты от ультрафиолетового излучения. Соединения обладают улучшенными свойствами в отношении растворимости в жировых веществах. Полученные композиции более эффективны. 5 с. и 22 з.п. ф-лы.

RU 2 133 119 C 1

RU 2 133 119 C 1



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 133 119** ⁽¹³⁾ **C1**

(51) Int. Cl.⁶ **A 61 K 7/40, 31/695, C 07 F
7/08, C 08 G 77/38**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 95119429/14, 03.11.1995

(30) Priority: 08.11.1994 FR 94 13395

(46) Date of publication: 20.07.1999

(98) Mail address:
103735, Moskva, ul. Il'inka, 5/2, Sojuzpatent

(71) Applicant:
L'Oreal' (FR)

(72) Inventor: Ehrve Rishar (FR),
Madlen Ledjuk (FR), Alan Ljagranzh (FR)

(73) Proprietor:
L'Oreal' (FR)

(54) **ORGANOSILOXANES CONTAINING THEIR COSMETIC COMPOSITIONS AND METHOD OF SKIN AND/OR HAIR PROTECTION AGAINST ULTRAVIOLET RADIATION**

(57) Abstract:

FIELD: cosmetology. SUBSTANCE: new compositions of diorganosiloxanes type with short linear or cyclic chain or triorganosiloxanes type with general characteristic which results in that they contain at least one benzotriazol link with acrylate or akrylamide function. Composition

is primary used as organic sun filters in cosmetic compositions designed for skin and hair protection against ultraviolet radiation. For this purpose, composition is applied on skin or hair in effective content. EFFECT: improved solubility in fat substances; higher efficiency. 27 cl, 3 ex

RU 2 1 3 3 1 1 9 C 1

RU 2 1 3 3 1 1 9 C 1

Изобретение относится к новым соединениям типа диорганосилоксанов с короткими, линейными или циклическими цепями, или типа триорганосилоанов, обладающим общей характеристикой, заключающейся в том, что все они содержат по крайней мере одно бензотриазольное кольцо с акрилатной или акриламидной функцией, причем эти соединения преимущественно используют в качестве органических солнечных фильтров в косметических композициях, предназначенных для защиты кожи и волос от ультрафиолетового излучения. Изобретение относится также к применению вышеуказанных соединений для вышеуказанного косметического использования, также как к содержащим их косметическим композициям с улучшенными свойствами.

Известно, что световые излучения с длинами волн 280 - 400 нм вызывают потемнение человеческой эпидермы, а лучи с длинами волн преимущественно 280 - 320 нм, известные под названием УФ-Б (ультрафиолетовые излучения Б), провоцируют эритемы и ожоги кожи, которые могут наносить вред проявлению естественного загара; следовательно, нужно отфильтровывать это УФ-Б-излучение.

Также известно, что лучи УФ-А (ультрафиолетовые излучения А) с длинами волн 320 - 400 нм, которые вызывают потемнение кожи, способны индуцировать ее старение, особенно в случае чувствительной кожи или кожи, постоянно подвергающейся воздействию солнечного излучения.

УФ-А-лучи вызывают в особенности потерю эластичности кож и появление морщин, что приводит к преждевременному старению кожи. Они благоприятствуют возникновению эритематозной реакции или усиливают эту реакцию у некоторых субъектов или даже могут быть первопричиной фототоксических или фотоаллергических реакций. Следовательно, желательно отфильтровывать также УФ-А-излучение.

На сегодняшний день предложены многочисленные соединения, предназначенные для фотозащиты (от УФ-А и/или УФ-Б) кожи.

Большинство из них является ароматическими соединениями, обладающими способностью абсорбировать (поглощать) УФ-лучи в области 280 - 315 нм или в области 315 - 400 нм или еще в совокупности этих двух областей. Чаще всего эти соединения формулируют в виде противосолнечных композиций, которые находятся в форме эмульсии типа масло-в-воде (т.е. косметически приемлемый носитель (основа), образованный непрерывной диспергирующей водной фазой и прерывистой диспергированной масляной фазой) и которые, следовательно, содержат в различных концентрациях один или несколько классических органических фильтров с ароматической функцией, липофильных и/или гидрофильных, способных селективно абсорбировать вредоносные УФ-излучения, причем эти фильтры (и их количества) выбирают в зависимости от желаемого индекса защиты (индекс защиты (IP) математически выражается соотношением

времени облучения, необходимого для достижения эритематогенного порога с УФ-фильтром, ко времени, необходимому для достижения эритематогенного порога без УФ-фильтра).

Кроме своей фильтрующей способности эти соединения с анти-УФ-активностью также должны обладать хорошими косметическими свойствами в композициях, которые их содержат; хорошей растворимостью в обычных растворителях и в особенности в жировых веществах, таких как масла и жиры; также как хорошей устойчивостью к воде и поту (инерционность).

Из всех ароматических соединений, которые были предложены с этой целью, можно назвать особенно производные п-аминобензойной кислоты, производные бензилиденкамфоры, производные коричной кислоты и производные бензотриазола. Однако некоторые из этих веществ не обладают всеми свойствами, требуемыми для соответствующего применения в качестве УФ-фильтров в противосолнечных композициях. В частности, присущая им фильтрующая способность может быть недостаточной; их растворимость в различных типах используемых формулировок, когда речь идет о защите от солнца, не всегда достаточно хорошая (особенно растворимость в маслах); они могут не обладать достаточной устойчивостью к свету (фотостабильность) и они также могут иметь плохую устойчивость по отношению к воде и поту. Также желательно, чтобы эти фильтрующие вещества не проникали в кожу.

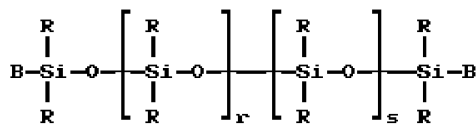
Так, в более особом случае веществ-фильтров бензотриазольного типа стремятся получить продукты с улучшенными свойствами, в особенности на уровне их растворимости в маслах и их косметического характера, пытаясь фиксировать путем прививочной сополимеризации (гидросилилирование) фильтрующую бензотриазольную группу на макромолекулярной цепи силиконового типа (органосилоксаны). Этот способ, описанный в европейском патенте EP 0392883 того же заявителя, безусловно приводит к предоставляющим интерес соединениям (эти продукты известны под общим названием "силиконовые фильтры"), но жирорастворимый характер этих последних может считаться еще как недостаточный, и более того, чтобы достичь удовлетворительных фильтрующих свойств с этим типом продуктов, часто необходимо использовать относительно значительные количества этих полимерных фильтров, что выражается в плохих косметических свойствах на уровне формулировок, которые содержат эти фильтры.

Целью настоящего изобретения является решение вышеупомянутых проблем за счет получения новых соединений типа силиконовых фильтров с бензотриазольным кольцом, которые обладают улучшенными свойствами, особенно на уровне их растворимости в жировых веществах и их косметических свойств.

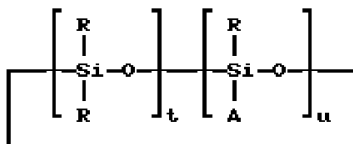
Еще более конкретно, согласно настоящему изобретению найдено, что комбинируя, особенно путем реакции гидросилилирования, одно или несколько особых производных бензотриазола, а

именно, более конкретно, бензотриазолакрилатов или бензотриазолакриламидов, с особой линейной или циклической силиконовой цепью или особым силаном, можно придти к новым соединениям типа силиконовых фильтров, лишенным недостатков силиконовых фильтров уровня техники, причем эти новые соединения обладают в особенности хорошими фильтрующими свойствами в отношении как УФ-А, так и УФ-Б; очень хорошей растворимостью в обычных органических растворителях и особенно в жировых веществах, таких как масла; также как превосходными косметическими свойствами, делающими их особенно применимыми для использования в качестве солнечных фильтров в косметических композициях или для приготовления косметических композиций, предназначенных для защиты кожи и/или волос от ультрафиолетового излучения.

Таким образом, первым предметом настоящего изобретения являются новые соединения, которые отличаются тем, что они отвечают одной из следующих формул 1 - 3



или



или A - Si(R)₃

в которых R - одинаковые или разные, выбранные среди C₁-C₁₀-алкильных радикалов, фенильного и 3,3,3-трифторпропильного радикалов, причем по крайней мере 80% из числа радикалов R обозначают метильный радикал;

B - одинаковые или разные, выбранные среди вышеуказанных радикалов R и нижеуказанного радикала A;

R' - одинаковые или разные, выбранные среди C₁-C₈-алкильных радикалов или фенильного радикала;

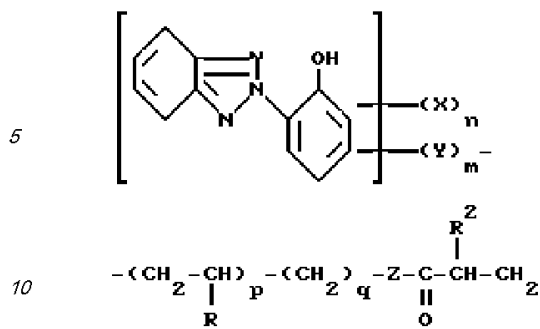
r - целое число от 0 до 50 включительно;

S - целое число от 9 до 20 включительно при условии, что если S равно нулю, тогда по крайней мере один из двух символов B обозначает A;

U - целое число от 1 до 6 включительно;

t - целое число от 0 до 10 включительно, имея в виду, что t + U равно или выше 3;

символ A - одновалентный радикал, связанный прямо с атомом кремния, и который отвечает следующей формуле 4



в которой n - целое число от 0 до 3 включительно;

X - одинаковые или разные, выбранные среди C₁-C₈-алкильных радикалов, галогенов и C₁-C₄-алкоксильных радикалов;

m - 0 или 1;

Y - -O-, -NH-, -COO-, -O(CH₂)_v-COO- или -(CH₂)_w-OCONH-, причем V и W обозначают целые числа от 0 до 12 включительно;

p - 0 или 1;

q - целое число от 0 до 12 включительно;

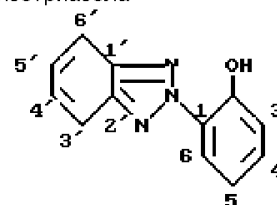
Z - -O- или -NH-;

R¹ - водород или C₁-C₄-алкильный радикал;

R² - водород или метильный радикал.

В вышеприведенных формулах (1) - (3), A обозначает, следовательно, группу, производную от бензотриазола, которая после фиксации на исходной короткой силиконовой цепи или на исходном силане, придает линейным (формула (1)) или циклическим (формула (2)) соединениям типа диорганосилоксанов или типа триорганосилоксанов (формула (3)) абсорбирующие свойства по отношению к УФ-А и УФ-Б. Как указано выше, и как следует из определения вышеприведенной формулы (4), эта группа содержит обязательно либо акрилатную функцию (Z=O), либо акриламидную функцию (Z = NH), которая является звеном, обеспечивающим связывание бензотриазола с силиконовой цепью или с силаном.

Как это следует из вышеприведенной формулы (4), связывание звена -(Y)_m-(CH₂-CHR¹)_p-(CH₂)_q-Z-CO-CHR²-CH₂- с бензотриазольным кольцом, которое, следовательно, обеспечивает присоединение вышеуказанного бензотриазольного звена к атому кремния силиконовой цепи или силану, согласно настоящему изобретению, можно осуществлять во всех доступных положениях, имеющихся в двух ароматических ядрах бензотриазола



Предпочтительно это связывание осуществляется в положении 3, 4, 5 (ароматическое ядро, содержащее гидроксильную функцию) или 4' (бензольное ядро, смежное с триазольным циклом), и еще более предпочтительно в положении 3, 4 или 5.

Также связывание замещающего звена X можно осуществлять в любых других

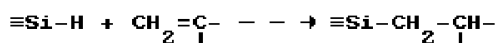
доступных положениях в бензотриазоле. Тем не менее, предпочтительно это связывание осуществлять в положении 3, 4, 4', 5 и/или 6.

В вышеприведенных формулах (1) - (3) алкильные радикалы могут быть линейными или разветвленными и их можно выбирать особенно среди метильных, этильных, н-пропильных, изопротильных, н-бутильных, изобутильных, трет.-бутильных, н-амильных, изоамильных, неопентильных, н-гексильных, н-гептильных, н-октильных, 2-этилгексильных и трет.-октильных радикалов. Алкильные радикалы R, R' и B, которые предпочтительно согласно изобретению представляют собой метильные, этильные, пропильные, н-бутильные, н-октильные и 2-этилгексильные радикалы. Еще более предпочтительно радикалы R, R' и B все являются метильными радикалами.

Из соединений вышеприведенных формул (1) - (3) предпочтительно используют таковые, отвечающие формуле (1) или формуле (2), т.е. диорганосилоксаны с короткой, линейной или циклической цепью.

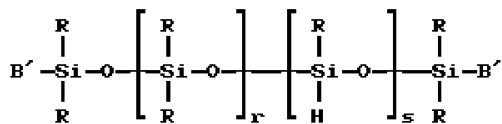
Из линейных или циклических диорганосилоксанов, входящих в рамки настоящего изобретения, преимущественно предпочтительны статистические или блочного типа производные, обладающие по крайней мере одной и еще более предпочтительно совокупностью из следующих характеристик: R - алкил и еще более предпочтительно метил; B - алкил и еще более предпочтительно метил (случай линейных соединений формулы (1)); r - число от 0 до 3 включительно; S - число от 0 до 3 включительно (случай линейных соединений формулы (1)); t + U обозначает число 3 - 5 включительно (случай циклических соединений формулы (2)); n не равно нулю, и предпочтительно равно 1 или 2; и X тогда выбирают среди метила, трет.-бутила или алкоксила с C₁-C₄, особенно метокси-группы; m не равно нулю; и Y - -O- или -NH-; p не равно нулю и R¹ - водород; q - число от 0 до 3 включительно; Z - -O- или -NH-.

Для получения силиконовых фильтров формул (1) и (2) можно, согласно первому методу (метод 1), и поступать классически, используя реакцию гидросилилирования типа



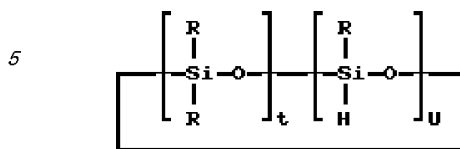
исходя из соответствующего силикона, в котором, например, все радикалы A представляют собой атомы водород. Этот исходный силикон впоследствии называют производным с SiH; SiH могут находиться в цепи и/или на концах силиконовой цепи. Эти производные с SiH являются продуктами, хорошо известными в промышленности силиконов, и обычно имеются в продаже. Они, например, описываются в патентах США NN A-3220972, A-3697473 и A-4340709.

Это производное с SiH, следовательно, может быть представлено либо следующей формулой 1-бис



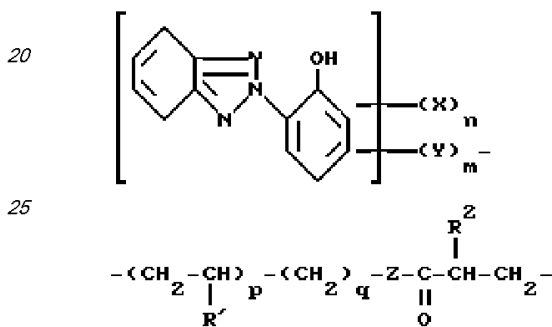
в которой R, r и S имеют указанное выше для формулы (1) значение, а радикалы B',

одинаковые или разные, выбирают среди радикалов и атома водорода; либо следующей формулой 2-бис



в которой R, t и U имеют указанное выше для формулы (2) значение.

Таким образом, при использовании этого производного с SiH формул (1-бис) или (2-бис) осуществляют классическую реакцию гидросилилирования, работая в присутствии каталитически эффективного количества катализатора на основе платины, путем введения его во взаимодействие с органическим производным бензотриазола следующей формулы (4-бис)



в которой X, Y, Z, R¹, R², n, m, p и q имеют указанное выше для формулы (4) значение.

Способы, пригодные для получения продуктов вышеприведенной формулы (4-бис), особенно описываются в патентах США NN 4316033 и 4328346. Кроме этого, некоторые из этих продуктов имеются в продаже. В частности, 2-(2'-гидрокси-5-метакрилоксиэтилфенил)-2-Н-бензотриазол выпускается в продажу фирмой NORAMCO под торговым названием "Norbioc 7966®". Кроме того, подробности о соблюдаемых рабочих условиях для проведения реакции гидросилилирования между соединениями формулы (1-бис) или (2-бис), приведенными выше, с соединением вышеприведенной формулы (4-бис) даются в вышецитированной европейской заявке на патент EP-O 392 883, техническая инструкция которой в этом отношении полностью включена в качестве ссылки в настоящее описание.

Что касается получения фильтров типа триорганосиланов вышеприведенной формулы (3), то можно поступать как указано выше, всегда путем реакции гидросилилирования, осуществляемой между исходным силаном формулы (R')₃ Si-H [формула (3-бис)], в которой R" имеет такое же значение, как и для соединения формулы (3), и органическим производным бензотриазола вышеуказанной формулы (4-бис).

Соединения формулы (4-бис), особенно предпочтительные согласно настоящему изобретению, в частности представляют собой следующие:

- 2-(2'-гидрокси-5'-метакрилоксиэтилфенил)-2-Н-бензотриазол;
-

5-метокси-2-(2'-гидрокси-4'-метакрилоксифенил)-2Н-бензотриазол;

в)

5-метокси-2-(2'-гидрокси-3'-трет.-бутил-5'-метакрилоксиэтилфенил)-2Н-бензотриазол;

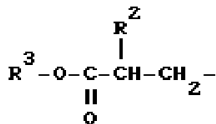
г)

5-метил-2-(2'-гидрокси-5'-метакрилоксиэтил оксифенил)-2Н-бензотриазол;

д)

5-метакрилоксиэтил-2-(2'-гидрокси-3', 5'-дитрет.-бутилфенил)-2Н-бензотриазол.

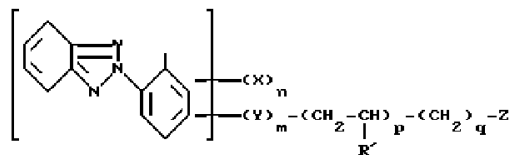
Другой возможный путь синтеза (метод 2), пригодный для получения силиконовых фильтров формул (1) и (2), состоит в использовании в качестве исходных соединений производных, соответствующих формуле (1) или формуле (2), в которой все радикалы А заменены радикалом формулы 5



в которой R² имеет вышеуказанное значение;

R³ - атом водорода или метильный или этильный радикал.

Это силоксановое карбоновое производное тогда вводят во взаимодействие со спиртом, фенолом или амином, соответствующим формуле 4₃



в которой X, Y, R¹, n, m, p и q имеют значение, указанное выше для формулы (4); Z' - -ОН или -NH₂.

По отношению к силиконовым фильтрам уровня техники, таким как описанные в европейской заявке на патент EP 0392883, цитированной выше, силиконовые фильтры согласно изобретению, следовательно, обладают одним или несколькими существенными структурными различиями, источником их замечательных свойств:

силиконовые цепи, к которым привиты одно или несколько бензотриазольных звеньев, с самого начала намного более короткие;

затем, происходящее от бензотриазола звено всегда содержит по крайней мере одну акрилатную или акриламидную функцию.

Как указано выше, соединения вышеприведенных формул (1) - (3) обладают превосходной, присущей им фильтрующей способностью в отношении ультрафиолетового излучения УФ-А и УФ-Б. Кроме того, вследствие своего сильно жирорастворимого характера, соединения вышеприведенных формул (1) - (3) могут быть использованы в больших концентрациях, что придает целевым композициям очень высокие индексы защиты; кроме того, они равномерно распределяются в классических косметических носителях (основах), содержащих по крайней мере жировую фазу или косметически приемлемый органический растворитель, и таким образом могут наноситься на кожу или волосы для создания эффективной защитной пленки. Наконец, их

косметические свойства очень хорошие, а именно в особенности в том, что эти продукты, по отношению к силиконовым фильтрам уровня техники, менее клейкие и придают больше мягкости (на ощупь).

5

Предметом настоящего изобретения также, следовательно, является косметическая композиция, включающая в содержащем по крайней мере одну жировую фазу или органический растворитель косметически приемлемом носителе эффективное количество по крайней мере одного соединения вышеприведенных формул (1) - (3).

10

Соединения формул (1) - (3) обычно находятся в количествах 0,1 - 20 мас. %, предпочтительно 0,5 - 10 мас.%, в расчете на общую массу композиции.

15

Косметическая композиция согласно изобретению может быть использована в качестве композиции, защищающей человеческую эпидерму или волосы от ультрафиолетовых лучей, в качестве противосолнечной композиции или в качестве продукта для макияжа.

20

Эта композиция в особенности может находиться в форме лосьона, густого лосьона, геля, крема, молочка, пудры, твердой палочки и, в случае необходимости, может быть упакована в виде аэрозоля и находиться в виде пены или препарата для пульверизации.

25

Она может содержать обычно используемые в области косметики косметические добавки, такие как жировые вещества, органические растворители, силиконы, сгустители, смягчители, дополнительные солнечные фильтры, антивспениватели, увлажняющие агенты, духи, консерванты, поверхностно-активные агенты, наполнители, комплексообразующие агенты; анионные, катионные, неионные или амфотерные полимеры или их смеси; "выталкиватели", подщелачивающие или подкисляющие агенты, красители, пигменты или нанопигменты, в особенности таковые, предназначенные для обеспечения дополнительного фотозащитного эффекта за счет физической блокировки ультрафиолетового излучения, или любой другой ингредиент, обычно используемый в косметике, в особенности для приготовления противосолнечных композиций.

30

35

Из органических растворителей можно назвать спирты и низшие многоатомные спирты (полиолы), такие как этанол, изопропанол, пропиленгликоль, глицерин и сорбитол.

40

45

Жировые вещества могут представлять собой масло или воск или их смеси; жирные (алифатические) кислоты, сложные эфиры жирных кислот, жирные (алифатические) спирты, вазелин, парафин, ланолин, гидрированный ланолин, ацетилованный ланолин. Масла могут быть выбраны среди животных, растительных, минеральных или синтетических масел, и особенно представляют собой гидрированное пальмовое масло, гидрированное касторовое масло, вазелиновое масло, парафиновое масло, пурцеллиновое масло; силиконовые масла, летучие или нет; и изопарафины.

50

55

60

Когда косметическая композиция согласно изобретению в особенности предназначена для защиты человеческой эпидермы от

УФ-лучей или в качестве противосолнечной композиции, она может находиться в форме суспензии или дисперсии в растворителях или жировых веществах, или еще в форме эмульсии (особенно типа масло-в-воде или вода-в-масле, но предпочтительно масло-в-воде), такой как крем или молочко; в виде везикулярной дисперсии; в форме мази, геля, твердой палочки или аэрозольной пены. Эмульсии могут содержать, кроме того, анионные, неионные, катионные или амфотерные поверхностно-активные агенты.

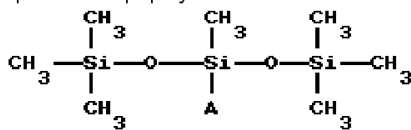
Когда косметическую композицию согласно изобретению используют для защиты волос, то она может находиться в форме шампуня, лосьона, геля или ополаскивателя, наносимого до или после шампуня, до или после окрашивания или обесцвечивания, до, во время или после перманента или выпрямления волос; в виде лосьона или геля для прически или лечения (обработки); в виде лосьона или геля для причесывания или укладки волос; в виде лака для волос; в виде состава для перманента или выпрямления, окрашивания или обесцвечивания волос.

Когда косметическую композицию согласно изобретению используют в качестве продукта для макияжа ресниц, бровей, кожи или волос, такого как крем для обработки эпидермы, жидкая пудра, помада для губ, тени для век, румяна для щек, карандаш для подведения глаз, называемый еще "Iug-Liner", тушь для ресниц и бровей, красящий гель, композиция может находиться в твердой или пастообразной, безводной или водной форме, как эмульсия масло-в-воде или вода-в-масле, суспензии и еще гели.

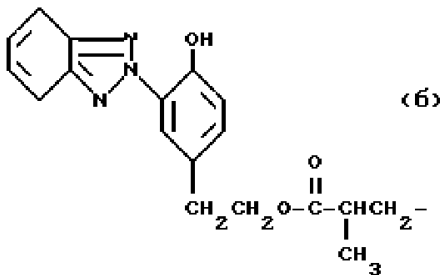
Предметом изобретения также является способ защиты кожи и волос от ультрафиолетового излучения, в особенности от солнечного излучения, который состоит в нанесении на кожу или волосы эффективного количества вышеуказанной косметической композиции или соединения формулы (1), (2) или (3), таких как указанные выше.

Нижеследующие примеры иллюстрируют изобретение, однако не ограничивая его объема охраны.

Пример 1. Этот пример иллюстрирует получение (по методу 1) соединения согласно изобретению формулы



в которой А обозначает



(этот продукт соответствует соединению формулы (1), в котором $R = B = \text{CH}_3$; $r = 0$; $S = 1$; $n = 0$; $m = 0$; $p = 0$; $q = 2$; $Z = -\text{O}-$; $R^2 = -\text{CH}_3$).

В реактор загружают 30 г (2-(2'-гидрокси-5-метакрилокси-этилфенил)-

2Н-бензотриазола ("Norbioc 7966[®]") и 50 мл толуола. Смесь доводят до температуры 80 °С в атмосфере азота. Добавляют катализатор гидросилилирования (комплекс с 3-3,5% Pt в цикловинилметилсилоксане Hiils Petrarch PC085: 100 мкл), затем 24,5 г гептаметилтрисилоксана. Спустя 67 часов при 80 °С в атмосфере азота, с добавками 50 мкл катализатора каждые 12 часов, реакционную среду концентрируют и после этого осуществляют хроматографию на диоксиде кремния под давлением (элюирующее средство: гептан с градиентом 0-50% CH_2Cl_2). Тогда рекуперируют 5,1 г конечного желательного продукта, который находится в форме масла бледно-желтого цвета.

Характеристики в отношении УФ-абсорбции (измеряемые в этаноле) этого продукта следующие: $\lambda_{\text{max}} : 337 \text{ нм}$, $\epsilon_{\text{max}} : 17500$, $\lambda_{\text{max}} : 298 \text{ нм}$, $\epsilon_{\text{max}} : 14550$.

Этот продукт таким образом может быть очень эффективно использован в качестве солнечного фильтра, активного в области УФ-А и УФ-Б.

Пример 2. Этот пример иллюстрирует получение, однако на этот раз по методу 2, того же самого соединения, как и таковое предыдущего примера 1.

а). Первая стадия: в реактор при температуре 80 °С и в атмосфере азота вносят 34,24 г этилметакрилата, содержащего количество, равное таковому на кончике шпателя, 4-гидроксианизола. Туда же добавляют катализатор гидросилилирования (комплекс с 3-3,5% Pt в цикловинилметилсилоксане Hiils Petrarch PC085: 200 мкл), затем в течение 30 минут прикапывают 73,42 г гептаметилтрисилоксана. После перемешивания в течение 3 часов при 80 °С в атмосфере азота среду концентрируют, выпаривают избыточное количество акрилата и силоксана и таким образом рекуперируют масло бледно-желтого цвета. Это масло затем перегоняют под вакуумом. Фракция, перегоняющаяся при 48-52 °С при давлении 20 мм рт.ст., соответствует искомому производному формулы (1), в которой $R = B = \text{CH}_3$; $r = 0$; $S = 1$; и А обозначает радикал формулы (5) с $R^2 = \text{метил}$ и $R^3 = \text{этил}$.

б). Вторая стадия: в реактор, снабженный насадкой Дина-Старка, загружают 340 мл толуола, 20 г полученного в предыдущей стадии производного и 12,7 г 2-(2'-гидрокси-5'-гидрокси-этилфенил)-2Н-бензотриазола (т. е. производного формулы (4з) в которой $n = 0$; $m = 0$; $p = 1$; $R^1 = \text{H}$; $q = 0$ и $Z' = \text{OH}$). Добавляют 0,5 г п-толуолсульфокислоты и кипятят с обратным холодильником в течение 20 часов, все время удаляя образующийся этанол. Реакционную среду концентрируют и после этого осуществляют хроматографию на диоксиде кремния под давлением (элюирующее средство: гептан с градиентом 0-50% CH_2Cl_2). Таким образом рекуперируют 9,8 г конечного желательного продукта, соответствующего продукту, полученному в примере 1.

Пример 3. Здесь иллюстрируют конкретное формулирование косметической противосолнечной композиции согласно изобретению, а именно противосолнечный

крем:

Соединение примера 1 - 5 г

Смесь цетилстеарилового спирта с оксиэтилированным цетилстеариловым спиртом, содержащим 33 моля этиленоксида ("SINNOVAX AO" фирмы HENKEL) - 7 г

Смесь глицерол-моно- и ди-стеарата, не самоэмульгирующаяся - 2 г

Цетиловый спирт - 1,5 г

Бензоат спиртов с 12-15 C-атомами ("FINSOIV TN" фирмы WITCO) - 20 г

Полидиметилсилоксан - 1,5 г

Глицерин - 17,5 г

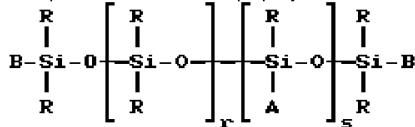
Духи, консервант - Достаточное количество

Вода - Достаточное количество до 100 г

Этот крем готовят согласно классическим способам приготовления эмульсий, растворяя фильтр в жировой фазе, содержащей эмульгаторы, нагревая эту жировую фазу примерно до 70°-80°С и добавляя при интенсивном перемешивании нагретую до той же температуры воду. Перемешивание продолжают в течение 10 - 15 минут, затем оставляют охлаждаться при умеренном перемешивании и при температуре около 40 °С добавляют, наконец, духи и консервант.

Формула изобретения:

1. Органосилоксаны формулы I

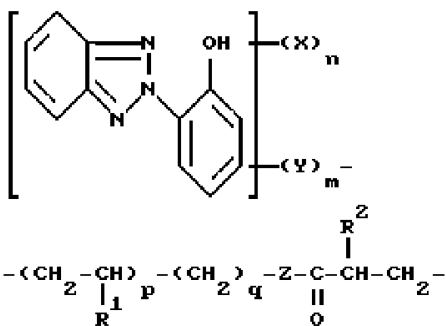


в которой R - одинаковые или разные, выбраны из C₁-C₁₀-алкильных радикалов, фенильного и 3,3,3-трифтор-пропильного радикалов, причем по крайней мере 80% из числа радикалов R представляют собой метил;

B - одинаковые или разные выбраны из вышеуказанных радикалов R и нижеуказанного радикала A;

r - целое число от 0 до 50 включительно; S - целое число от 0 до 20 включительно при условии, что, если S равно нулю, тогда по крайней мере один из двух символов B обозначает A;

символ A - одновалентный радикал, непосредственно связанный с атомом кремния и отвечающий формуле 4



в которой n - целое число от 0 до 3 включительно;

X - одинаковые или разные, выбраны из C₁-C₈-алкильных радикалов, галогенов и C₁-C₄-алкоксильных радикалов;

m = 0 или 1;

Y - -O-, -NH-, -COO-, -O(CH₂)_v-COO или (CH₂)_w-OCONH, причем v и w - целые числа от 0 до 12 включительно;

p = 0 или 1;

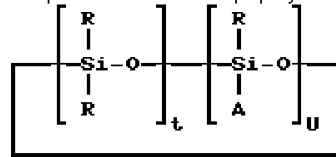
q - целое число от 0 до 12 включительно;

Z - -O- или -NH-;

R¹ - водород или C₁-C₄-алкильный радикал;

R² - водород или метильный радикал.

2. Органосилоксаны формулы II

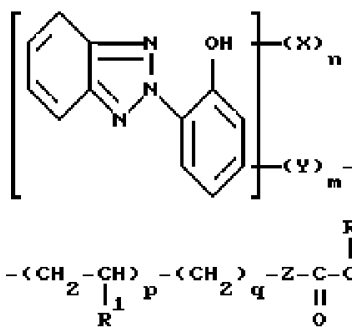


в которой R - одинаковые или разные, выбраны из C₁-C₁₀-алкильных радикалов, фенильного и 3,3,3-трифтор-пропильного радикалов, причем по крайней мере 80% из числа радикалов R представляют собой метил;

U - целое число от 1 до 6 включительно;

t - целое число от 0 до 10 включительно, имея в виду, что "t + U" равно или выше 3;

символ A - одновалентный радикал, связанный непосредственно с атомом кремния и отвечающий формуле IV



в которой n - целое число от 0 до 3 включительно;

X - одинаковые или разные, выбраны из C₁-C₈-алкильных радикалов, галогенов и C₁-C₄-алкоксильных радикалов;

m = 0 или 1;

Y - -O-, -NH-, -COO-, -O(CH₂)_v-COO или (CH₂)_w-OCONH, причем v и w - целые числа от 0 до 12 включительно;

p = 0 или 1;

q - целое число от 0 до 12 включительно;

Z - -O- или -NH-;

R¹ - водород или C₁-C₄-алкильный радикал;

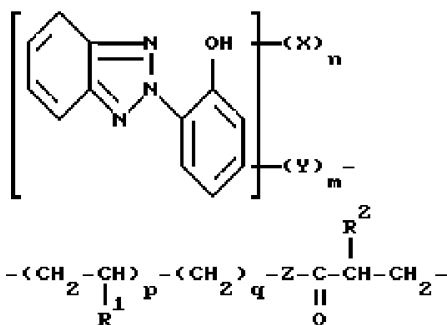
R² - водород или метильный радикал.

3. Органосиланы формулы III

A - Si(R')₃

в которой R' - одинаковые или разные выбраны из C₁-C₈-алкильных радикалов или фенильного радикала;

символ A - одновалентный радикал, связанный непосредственно с атомом кремния и отвечающий формуле IV



в которой n - целое число от 0 до 3 включительно;

X - одинаковые или разные, выбраны из C_1 - C_8 -алкильных радикалов, галогенов и C_1 - C_4 -алкоксильных радикалов;

$m = 0$ или 1;

Y - $-O-$, $-NH-$, $-COO-$, $-O(CH_2)_v-COO$ или $(CH_2)_w-CONH$, причем v и w означают целые числа от 0 до 12 включительно;

$p = 0$ или 1;

q - целое число от 0 до 12 включительно;

Z - $-O-$ или $-NH-$;

R^1 - водород или C_1 - C_4 -алкильный радикал;

R^2 - водород или метильный радикал.

4. Органосилоксаны по п.1 или 2, отличающиеся тем, что радикалы R представляют собой алкильные радикалы.

5. Органосилоксаны по п.4, отличающиеся тем, что радикалы R представляют собой метильный, этильный, пропильный, n -бутильный, n -октильный или 2-этил-гексильный радикалы.

6. Органосилоксаны по п. 4, отличающиеся тем, что радикалы R являются метильными радикалами.

7. Органосилоксаны по любому из пп.1, 4 - 6, отличающиеся тем, что радикалы B являются алкильными радикалами.

8. Органосилоксаны по п.7, отличающиеся тем, что радикалы B представляют собой метильный, этильный, пропильный, n -бутильный, n -октильный или 2-этил-гексильный радикалы.

9. Органосилоксаны по п. 8, отличающиеся тем, что радикалы B являются метильными радикалами.

10. Органосилоксаны по любому из пп.1, 4 - 9, отличающиеся тем, что g означает число от 0 до 3 включительно и S означает число 0 - 3 включительно.

11. Органосилоксаны по любому из пп.2, 4 - 6, отличающиеся тем, что $t + U$ составляет величину от 3 до 5 включительно.

12. Органосиланы по п.3, отличающиеся тем, что радикалы R' представляют собой алкильные радикалы, выбираемые из метильных, этильных, пропильных, n -бутильных, n -октильных или 2-этил-гексильных радикалы.

13. Органосиланы по п. 12, отличающиеся тем, что радикалы R' являются метильными радикалами.

14. Органосил(окс)аны по любому из пп.1 - 13, отличающиеся тем, что n не равно нулю, предпочтительно, равно 1 или 2, и X выбирают среди метила, трет-бутила, алкоксила с 1 - 4 C-атомами, в частности метоксигруппы.

15. Органосил(окс)аны по любому из пп.1 -

14, отличающиеся тем, что m не равно нулю и Y означает $-O-$ или $-NH-$.

16. Органосил(окс)аны по любому из пп.1 - 15, отличающиеся тем, что p не равно нулю и R^1 означает водород.

17. Органосил(окс)аны по любому из пп.1 - 16, отличающиеся тем, что q означает число от 0 до 3 включительно.

18. Органосил(окс)аны по любому из пп.1 - 17, отличающиеся тем, что звено $-(Y)_m-(CH_2-CHR^1)_p-(CH_2)_q-Z-CO-CHR^2-CH_2$ связано с бензотриазольным кольцом в положении 3, 4, 4' или 5 последнего.

19. Органосил(окс)аны по п. 18, отличающиеся тем, что вышеуказанное связывание осуществлено в положении 3, 4 или 5.

20. Органосил(окс)аны по любому из пп.1 - 19, отличающиеся тем, что связывание заместителя X с бензотриазольным звеном осуществлено в положении (положениях) 3, 4, 4', 5 и/или 6 этого звена.

21. Органосил(окс)аны по любому из пп. 1 - 20, в качестве солнечных фильтров, эффективных в областях УФ-А и УФ-Б.

22. Косметическая композиция для фотозащиты кожи и/или волос от ультрафиолетовых лучей, содержащая фильтрующее соединение в косметически приемлемом носителе, отличающаяся тем, что она включает эффективное количество по крайней мере одного из соединений, указанных в любом из пп.1 - 21, в качестве фильтрующего соединения.

23. Косметическая композиция по п.22, отличающаяся тем, что вышеуказанный косметический приемлемый носитель содержит по крайней мере одну жировую фазу или один органический растворитель.

24. Косметическая композиция по п.23, отличающаяся тем, что вышеуказанный носитель находится в форме эмульсии типа масло-в-воде или вода-в-масле, предпочтительно масло-в-воде.

25. Косметическая композиция по любому из пп.22 - 24, отличающаяся тем, что содержание фильтрующего соединения или фильтрующих соединений составляет 0,1 - 20 мас.%, в расчете на общую массу композиции.

26. Косметическая композиция по п.25, отличающаяся тем, что вышеуказанное количество составляет 0,5 - 10 мас.%.

27. Способ защиты кожи и/или волос от ультрафиолетового излучения, в частности от солнечного излучения, отличающийся тем, что он состоит в нанесении на кожу и/или волосы эффективного количества по крайней мере одного соединения или по крайней мере одной композиции, указанных в любом из пп.1 - 26.